



IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Yoshiharu IYODA, et al.

GAU:

SERIAL NO: 10/688,890

EXAMINER:

FILED: October 21, 2003

FOR: SOFT MAGNETIC GREEN COMPACT, MANUFACTURING METHOD FOR SOFT MAGNETIC GREEN COMPACT, AND SOFT MAGNETIC POWDER MATERIAL

REQUEST FOR PRIORITY

COMMISSIONER FOR PATENTS  
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e): Application No. Date Filed

☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
JAPAN	2002-305979	October 21, 2002
JAPAN	2003-043047	February 20, 2003

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number  
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and
- ☐ (B) Application Serial No.(s)
- ☐ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.

  
Norman F. Oblon

Registration No. 24,618

Frederick D. Vastine  
Registration No. 27,013

Customer Number

22850

Tel. (703) 413-3000  
Fax. (703) 413-2220  
(OSMMN 05/03)

ω 8317(米)  
244/4705-97-97-0  
10/688,890

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 3 年   2 月 2 0 日  
Date of Application:

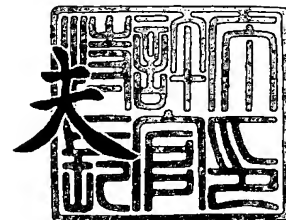
出 願 番 号            特 願 2 0 0 3 - 0 4 3 0 4 7  
Application Number:  
[ST. 10/C]:            [ J P 2 0 0 3 - 0 4 3 0 4 7 ]

出   願   人            アイシン精機株式会社  
Applicant(s):

2 0 0 3 年 1 1 月 1 4 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康



出証番号   出証特 2 0 0 3 - 3 0 9 4 3 0 4

【書類名】 特許願

【整理番号】 P000013800

【提出日】 平成15年 2月20日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 H01F 1/14

【発明の名称】 軟磁性成形体、軟磁性成形体の製造方法、軟磁性粉末材料

【請求項の数】 17

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県刈谷市朝日町 2 丁目 1 番地 アイシン精機株式会社内

【氏名】 伊豫田 義治

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県刈谷市朝日町 2 丁目 1 番地 アイシン精機株式会社内

【氏名】 神谷 直樹

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県刈谷市朝日町 2 丁目 1 番地 アイシン精機株式会社内

【氏名】 有田 一郎

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県刈谷市朝日町 2 丁目 1 番地 アイシン精機株式会社内

【氏名】 丸山 宏太

【特許出願人】

【識別番号】 000000011

【氏名又は名称】 アイシン精機株式会社

【代表者】 豊田 幹司郎

**【代理人】****【識別番号】** 100081776**【弁理士】****【氏名又は名称】** 大川 宏**【電話番号】** (052)583-9720**【先の出願に基づく優先権主張】****【出願番号】** 特願2002-305979**【出願日】** 平成14年10月21日**【手数料の表示】****【予納台帳番号】** 009438**【納付金額】** 21,000円**【提出物件の目録】****【物件名】** 明細書 1**【物件名】** 図面 1**【物件名】** 要約書 1**【包括委任状番号】** 9100467**【プルーフの要否】** 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 軟磁性成形体、軟磁性成形体の製造方法、軟磁性粉末材料

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 鉄系粉末表面に絶縁被膜コーティングを施した磁性粉末と樹脂粉末が混入された混合粉末とを粉末冶金法により成形型で圧縮成形した後、当該成形体に熱処理を行う軟磁性成形体の製造方法において、

前記樹脂粉末は潤滑機能及びバインダ機能を兼備し、前記樹脂粉末の配合量は、成形前及び成形・熱処理後は、夫々、全体重量に対して 0.10～3.00 重量%及び 0.01～0.50 重量%となした、軟磁性成形体の製造方法。

【請求項 2】 鉄系粉末からなる磁性粉末と樹脂粉末が混入された混合粉末とを粉末冶金法により成形型で圧縮成形した後、当該成形体に熱処理を行う軟磁性成形体の製造方法において、

前記樹脂粉末は潤滑機能及びバインダ機能を兼備し、前記樹脂粉末の配合量は、成形前及び成形・熱処理後は、夫々、全体重量に対して 0.10～3.00 重量%及び 0.01～0.50 重量%となした、軟磁性成形体の製造方法。

【請求項 3】 前記樹脂粉末はポリアミド系樹脂であって、その最大粒径が 200  $\mu\text{m}$  以下である、請求項 1 または請求項 2 に記載の軟磁性成形体の製造方法。

【請求項 4】 鉄系粉末からなる磁性粉末と樹脂粉末が混入された混合粉末とを粉末冶金法により成形型で圧縮成形した後、当該成形体に熱処理を行う軟磁性成形体の製造方法において、

前記樹脂粉末は潤滑機能及びバインダ機能を兼備し、前記樹脂粉末はポリアミド系樹脂と 200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂とを主要成分とする、軟磁性成形体の製造方法。

【請求項 5】 前記樹脂粉末はポリアミド系樹脂と 200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂との配合量は、成形前及び成形・熱処理後は、夫々、全体重量に対して 0.10～3.00 重量%及び 0.01～0.80 重量%となした請求項 4 に記載の軟磁性成形体の製造方法。

【請求項 6】 200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂は、ポリフェニレンサルファイド系樹脂を主要成分とすることを特徴とする、請求項 4 または請求項 5 に

記載の軟磁性成形体の製造方法。

【請求項 7】 前記熱処理を摂氏 100～450 度で行うようにしてなる、請求項 1～請求項 6 のいずれかに記載の軟磁性成形体の製造方法。

【請求項 8】 前記熱処理後の前記成形体の密度が 1 立方センチメートル当たり 6.6～7.4 である、請求項 1～請求項 7 のいずれかに記載の軟磁性成形体の製造方法。

【請求項 9】 前記熱処理を酸化性雰囲気で行う、請求項 1～請求項 8 のいずれかに記載の軟磁性成形体の製造方法。

【請求項 10】 鉄系粉末表面に絶縁被膜コーティングを施した磁性粉末と樹脂粉末が混入された混合粉末とを粉末冶金法により成形型で圧縮成形した後、当該成形体に熱処理を行うことにより作製される軟磁性成形体において、前記樹脂粉末は潤滑機能及びバインダ機能を兼備し、前記樹脂粉末の配合量は、成形前及び成形・熱処理後は、夫々、全体重量に対して 0.10～3.00 重量%及び 0.01～0.50 重量%となした、軟磁性成形体。

【請求項 11】 鉄系粉末からなる磁性粉末と樹脂粉末が混入された混合粉末とを粉末冶金法により成形型で圧縮成形した後、当該成形体に熱処理を行うことにより作製される軟磁性成形体において、

前記樹脂粉末は潤滑機能及びバインダ機能を兼備し、前記樹脂粉末の配合量は、成形前及び成形・熱処理後は、夫々、全体重量に対して 0.10～3.00 重量%及び 0.01～0.50 重量%となした、軟磁性成形体。

【請求項 12】 前記樹脂粉末はポリアミド系樹脂であって、その最大粒径が 200  $\mu$ m 以下である、請求項 10 または請求項 11 に記載の軟磁性成形体。

【請求項 13】 鉄系粉末からなる磁性粉末と樹脂粉末が混入された混合粉末とを粉末冶金法により成形型で圧縮成形した後、当該成形体に熱処理を行うことにより作製される軟磁性成形体において、

前記樹脂粉末は潤滑機能及びバインダ機能を兼備し、前記樹脂粉末はポリアミド系樹脂と 200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂を主要成分とする、軟磁性成形体。

【請求項 14】 200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂は、ポリフェニレンサ

ルフアイト系樹脂を主要成分とすることを特徴とする、請求項 13 に記載の軟磁性成形体。

【請求項 15】 前記熱処理を摂氏 100～450 度で行うようにしてなる、請求項 10～請求項 14 のいずれかに記載の軟磁性成形体。

【請求項 16】 前記熱処理後の前記成形体の密度が 1 立方センチメートル当たり 6.6～7.4 である、請求項 10～請求項 15 のいずれかに記載の軟磁性成形体。

【請求項 17】 鉄系粉末からなる磁性粉末と樹脂粉末が混入された混合粉末とを粉末冶金法により成型型で圧縮成形した後、当該成形体に熱処理を行うための軟磁性成形材料において、

前記樹脂粉末は潤滑機能及びバインダ機能を兼備し、前記樹脂粉末の配合量は、成型前及び成型・熱処理後は、夫々、全体重量に対して 0.10～3.00 重量%及び 0.01～0.50 重量%となるように設定された軟磁性粉末材料。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

##### 【発明の属する技術分野】

本発明は、軟磁性成形体、軟磁性成形体の製造方法、軟磁性粉末材料に関する。

##### 【0002】

##### 【従来の技術】

近年、モータコア（ロータコア、ステータコア等）に代表される磁路形成部材の材料として、粉末状の軟磁性材料（主として高純度鉄粉）に樹脂粉末を混ぜた軟磁性粉末材料を用いる技術が着目されている。この軟磁性粉末材料に加圧及び加熱を施すことにより軟磁性成形体を形成する。樹脂粉末は、鉄系粉末粒子を結合させるバインダとしての機能、鉄系粉末粒子間の電気絶縁を図る機能を有する。鉄系粉末粒子間の電気絶縁を図れば、交番磁場が軟磁性成形体に作用するとき、電気特性（比抵抗等）が良好となり、軟磁性成形体における渦電流損を低減させることができる利点が見られる。

##### 【0003】

上記した軟磁性粉末材料を成型型で成形するゆえのメリットとしては、

A 材料歩留りが非常に良い→低コスト化が可能

B 鋼板を積層させる方式に比較して軟磁性成形体の形状自由度が高い→軟磁性成形体の小型、低コスト化が可能

C 工程短縮が可能→低コスト化が可能

D 鋼板を積層させる方式に比較してリサイクル性が良い→地球環境保護、資源有効活用

等が挙げられる。

#### 【0004】

##### 【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上記した軟磁性粉末材料を成形するがゆえのデメリットとして

ア 軟磁性粉末材料を成形した軟磁性成形体の強度確保（特に高温環境下）が容易ではない。軟磁性粉末材料に樹脂成分が含まれているためである。

#### 【0005】

イ 軟磁性粉末材料を成形した軟磁性成形体を成型型から容易に取出すための工夫が必要である。軟磁性粉末材料に含まれている樹脂成分が加熱の際に成型型のキャビティ型面に付着するためである。

#### 【0006】

ウ 樹脂粉末が軟磁性粉末材料に添加されていると、軟磁性成形体としての電気特性（比抵抗等）が向上するものの、樹脂は透磁性に乏しいため、軟磁性成形体の磁気特性（透磁率、飽和磁束密度等）が低下する。そこで電気特性と磁気特性との両方をバランスよく高いレベルで両立させなければならない、といった課題がある。

#### 【0007】

特にアで示したように、高温環境下での低強度がネックとなり、モータコア等のように強度が要請される用途、特に高温強度が要請される用途への採用は難しく、実施された例がない。

#### 【0008】



また、イについては、成形型のキャビティ型面の潤滑、あるいは、軟磁性粉末材料自体に潤滑剤を混ぜ込むことで対応が可能ではある。しかしながらこの場合には、潤滑剤を添加したり塗布したりするため、コスト、生産性、軟磁性成形体の強度に問題がある。

#### 【0009】

そこで、樹脂粉末を混ぜた軟磁性粉末材料を採用するためには、上記ア、イ、ウの課題を解決しなければならない。

#### 【0010】

本発明は上記した実情に鑑みてなされたものであり、高温環境下での強度向上、成形型からの抜き性の向上、磁気特性（透磁率、飽和磁束密度等）と電気特性（比抵抗等）との両方をバランスよく高いレベルで両立させ得るといった効果を奏する軟磁性成形体、軟磁性成形体の製造方法、軟磁性粉末材料を提供することを課題とする。

#### 【0011】

##### 【課題を解決するための手段】

(1) 第1様相の本発明に係る軟磁性成形体の製造方法は、鉄系粉末表面に絶縁被膜コーティングを施した磁性粉末と樹脂粉末が混入された混合粉末とを粉末冶金法により成形型で圧縮成形した後、当該成形体に熱処理を行う軟磁性成形体の製造方法において、樹脂粉末は潤滑機能及びバインダ機能を兼備し、樹脂粉末の配合量は、成形前及び成形・熱処理後は、夫々、全体重量に対して0.10～3.00重量%及び0.01～0.50重量%となしたものである。

#### 【0012】

即ち、樹脂粉末の配合量は、成形前では、成形前の全体重量に対して0.10～3.00重量%であり、成形・熱処理後では、成形・熱処理後の全体重量に対して0.01～0.50重量%となしたものである。

#### 【0013】

ここで、成形前の全体重量は、成形前における磁性粉末部分と樹脂部分との総重量を意味する。成形・熱処理後の全体重量は、成形・熱処理後における軟磁性成形体の総重量を意味する。また、樹脂粉末（樹脂成分）の配合量が全体重

量に対して0.10%であるときには、残部(99.90%)が実質的に磁性粉末部分となる。

#### 【0014】

成形時には樹脂成分は潤滑機能を有するため、成形性の向上、型抜き性の向上に貢献でき、更に常温強度の向上に寄与する。しかし樹脂は融点が鉄系粉末よりも低いため、樹脂量が多いときには、軟磁性成形体を使用するとき高温強度が低下する。このため熱処理により樹脂を減少させている。このため軟磁性成形体を使用するとき、軟磁性成形体の高温強度が確保される。

#### 【0015】

鉄系粉末表面に被覆されている絶縁被膜コーティングは、軟磁性粉末材料の比抵抗を高め、軟磁性成形体に生じる渦電流ループを小さくし、渦電流損を小さくさせる。

#### 【0016】

(2) 第2様相の本発明に係る軟磁性成形体の製造方法は、鉄系粉末からなる磁性粉末と樹脂粉末が混入された混合粉末とを粉末冶金法により成形型で圧縮成形した後、当該成形体に熱処理を行う軟磁性成形体の製造方法において、樹脂粉末は潤滑機能及びバインダ機能を兼備し、前記樹脂粉末の配合量は、成形前及び成形・熱処理後は、夫々、全体重量に対して0.10～3.00重量%及び0.01～0.50重量%となしたものである。

#### 【0017】

成形時には樹脂成分は潤滑機能を有するため、成形性の向上、型抜き性の向上に貢献でき、更に常温強度の向上に寄与する。しかし樹脂は融点が鉄系粉末よりも低いため、樹脂量が多いときには、軟磁性成形体を使用するとき高温強度が低下する。このため熱処理により樹脂を減少させている。このため軟磁性成形体を高温領域で使用するとき、軟磁性成形体の高温強度が確保される。

#### 【0018】

(3) 第3様相の本発明に係る軟磁性成形体の製造方法は、鉄系粉末からなる磁性粉末と樹脂粉末が混入された混合粉末とを粉末冶金法により成形型で圧縮成形した後、当該成形体に熱処理を行う軟磁性成形体の製造方法において、

前記樹脂粉末は潤滑機能及びバインダ機能を兼備し、前記樹脂粉末はポリアミド系樹脂と200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂とを主要成分とするものである。

#### 【0019】

成形時には樹脂成分は潤滑機能を有するため、成形性の向上、型抜き性の向上に貢献でき、更に常温強度の向上に寄与する。200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂は、ポリフェニレンサルファイド系樹脂を主要成分とすることができる。ポリフェニレンサルファイドに代表される200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂が含有されているため、軟磁性成形体の高温強度が確保される。

#### 【0020】

(4) 第4様相の本発明に係る軟磁性成形体は、鉄系粉末表面に絶縁被膜コーティングを施した磁性粉末と樹脂粉末が混入された混合粉末とを粉末冶金法により成形型で圧縮成形した後、当該成形体に熱処理を行うことにより作製される軟磁性成形体において、樹脂粉末は潤滑機能及びバインダ機能を兼備し、樹脂粉末の配合量は、成形前及び成形・熱処理後は、夫々、全体重量に対して0.10～3.00重量%及び0.01～0.50重量%となしたものである。

#### 【0021】

成形時には樹脂成分は潤滑機能を有するため、成形性の向上、型抜き性の向上に貢献でき、更に常温強度の向上に寄与する。しかし樹脂は融点が鉄系粉末よりも低いため、樹脂量が多いときには、軟磁性成形体を使用するとき高温強度が低下する。このため熱処理により樹脂を減少させている。このため軟磁性成形体を高温領域で使用する時、軟磁性成形体の高温強度が確保される。

#### 【0022】

鉄系粉末表面に被覆されている絶縁被膜コーティングは、軟磁性粉末材料の比抵抗を高め、軟磁性成形体に生じる渦電流ループを小さくし、渦電流損を小さくさせる。

#### 【0023】

(5) 第5様相の発明に係る軟磁性成形体は、鉄系粉末からなる磁性粉末と樹脂粉末が混入された混合粉末とを粉末冶金法により成形型で圧縮成形した後、当

該成形体に熱処理を行うことにより作製される軟磁性成形体において、樹脂粉末は潤滑機能及びバインダ機能を兼備し、樹脂粉末の配合量は、成形前及び成形・熱処理後は、夫々、全体重量に対して0.10～3.00重量%及び0.01～0.50重量%となしたものである。

#### 【0024】

成形時には樹脂成分は潤滑機能を有するため、成形性の向上、型抜き性の向上に貢献でき、更に常温強度の向上に寄与する。しかし樹脂は融点が鉄系粉末よりも低い場合、樹脂量が多いときには、軟磁性成形体を使用するとき高温強度が低下する。このため熱処理により樹脂を減少させている。このため軟磁性成形体を高温領域で使用する時、軟磁性成形体の高温強度が確保される。

#### 【0025】

(6) 第6様相の本発明に係る軟磁性成形体は 鉄系粉末からなる磁性粉末と樹脂粉末が混入された混合粉末とを粉末冶金法により成形型で圧縮成形した後、当該成形体に熱処理を行うことにより作製される軟磁性成形体において、樹脂粉末は潤滑機能及びバインダ機能を兼備し、樹脂粉末はポリアミド系樹脂と200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂とを主要成分とするものである。

#### 【0026】

成形時には樹脂成分は潤滑機能を有するため、成形性の向上、型抜き性の向上に貢献でき、更に常温強度の向上に寄与する。200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂は、ポリフェニレンサルファイド系樹脂を主要成分とすることができる。ポリフェニレンサルファイドに代表される200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂が含有されているため、軟磁性成形体の高温強度が確保される。

#### 【0027】

(7) 第7様相の本発明に係る軟磁性粉末材料は、鉄系粉末からなる磁性粉末と樹脂粉末が混入された混合粉末とを粉末冶金法により成形型で圧縮成形した後、当該成形体に熱処理を行うための軟磁性成形材料において、

樹脂粉末は潤滑機能及びバインダ機能を兼備し、樹脂粉末の配合量は、成形前及び成形・熱処理後は、夫々、全体重量に対して0.10～3.00重量%及び0.01～0.50重量%となるように設定されたものである。

## 【0028】

## 【発明の実施の形態】

本発明にかかる軟磁性成形体によれば、例えば、電気絶縁性が高い絶縁被膜（絶縁被膜コーティング）を有する鉄系粉末粒子とポリアミド系樹脂とが主要成分として混合されている軟磁性粉末材料を、加熱成形して形成した形態を採用できる。この場合、鉄系粉末粒子における絶縁被膜をなくすることもできる。

## 【0029】

本発明にかかる軟磁性粉末材料成形体の製造方法によれば、例えば、電気絶縁性が高い絶縁被膜を有する鉄系粉末粒子とポリアミド系樹脂とが主要成分として混合されている軟磁性粉末材料を出発材料として、軟磁性粉末材料を加圧して圧粉体を形成する第1工程と、この圧粉体を加熱する第2工程とを順次実施する形態を採用できる。この場合、鉄系粉末粒子では、電気絶縁性が高い絶縁被膜をなくすることもできる。

## 【0030】

鉄系粉末粒子は軟磁性成形体の磁気特性（透磁率、飽和磁束密度等）を確保するためのものである。鉄系粉末粒子の平均粒径としては、圧縮成形性を損なわない範囲で大きいことが磁気特性の確保の面からは好ましい。鉄系粉末粒子の平均粒径としては、 $30 \sim 200 \mu\text{m}$ 、 $70 \sim 1000 \mu\text{m}$ 、なかでも $70 \sim 500 \mu\text{m}$ 、 $100 \sim 350 \mu\text{m}$ を採用できるが、これらに限定されるものではない。鉄系粉末粒子としては、磁気特性を確保する点からは、鉄の純度が高いものを採用でき、鉄系粉末を100%としたとき、鉄を90重量%以上、95重量%以上含むものが好ましい。場合によっては鉄系粉末粒子としては、Fe-Si系、Fe-Co系を採用することができる。鉄系粉末粒子としては、非球状であり、不規則な凹または凸部分を有する不定形等の異形状のものを採用できる。この場合、鉄系粉末粒子の不規則な凹または凸部分が樹脂成分がホールドすることを期待できる。鉄系粉末粒子の製造方法としては、溶湯粉化法（水アトマイズ法、ガスアトマイズ法等）、還元性（ガス還元法等）、機械的粉碎法等を採用できる。ガスアトマイズ法では例えば窒素やアルゴンガス等の不活性ガス、空気を採用できる。

## 【0031】

ポリアミド系樹脂と200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂とのうちの少なくとも一方からなる樹脂粉末と、鉄系粉末粒子とを混合して混合粉末とした形態を採用できる。この場合、鉄系粉末粒子の真球度が高い球形状であれば、樹脂粉末と鉄系粉末粒子とは比重差が大きいいため、混合する際に比重差により、樹脂粉末と鉄系粉末粒子との比重差に起因して分離し、均一混合性が損なわれるおそれがある。この点、鉄系粉末粒子が不規則な凹または凸部分を有する異形状であれば、ポリアミド系樹脂等の樹脂粉末と鉄系粉末粒子とを混合する際に、鉄系粉末粒子に樹脂粉末をホールドさせる効果を期待できる。この結果、混合粉末を形成する際に樹脂粉末と鉄系粉末粒子との比重差に起因する分離を抑えるのに貢献でき、混合粉末における均一分散性を確保するのに有利となる。この意味においても、鉄系粉末粒子の平均粒径よりも、ポリアミド系樹脂、200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂粉末の平均粒径は小さい方が好ましい。

## 【0032】

鉄系粉末粒子の表面には、電気絶縁性が高い絶縁被膜が形成されている形態を採用できる。絶縁被膜は、軟磁性粉末材料の比抵抗を高め、軟磁性成形体に交番磁場が作用するとき交番磁場に起因して軟磁性成形体に生じる渦電流ループを小さくし、渦電流損を小さくさせるためのものである。従って絶縁被膜は電気絶縁性が高いものが好ましい。絶縁被膜としては鉄系粉末粒子の表面の全域の1/2以上、殊に2/3以上に被覆されていることが好ましい。絶縁被膜としては鉄系粉末粒子の表面のほぼ全域に被覆することができる。

## 【0033】

絶縁被膜としては、りん酸化成処理で形成されたりん酸系被覆を例示できる。りん酸系被覆としては、公知のりん酸系被覆を採用でき、りん酸成分とほう酸成分とマグネシア成分とをりん酸系の絶縁被膜を例示できる。この場合には、りん酸とほう酸とマグネシアとを有するりん酸系処理液を用い、りん酸系処理液と鉄系粉末粒子の表面とを接触させる工程と、その後に乾燥させる工程とにより、りん酸系の絶縁被膜を鉄系粉末粒子の表面に形成することができる。更にはりん酸鉄系の絶縁被膜、りん酸亜鉛系の絶縁被膜、りん酸マンガン系の絶縁被膜等を探

用しても良い。絶縁被膜の厚みとしては適宜選択できるものの、比抵抗の確保、透磁率の確保等を考慮すると、5～5000nmを採用でき、5～1000nm、5～500nmを採用できるが、これらに限定されるものではない。絶縁被膜の厚みが厚過ぎると、比抵抗が確保されて渦電流損を抑え得るものの、透磁率等の磁気的特性が低下する。これらの事情を考慮して絶縁被膜の厚みを決定する。また、要請される強度、用途等によっては、上記した絶縁被膜を廃止または低減させることもできる。絶縁被膜を廃止または低減させたとき、鉄系粉末粒子同士の接合を期待でき、軟磁性成形体の高温強度を向上させることを期待できる。

#### 【0034】

上記したポリアミド(PA)系樹脂は、分子構造にアミド基を有するものであり、融点が比較的低い熱可塑性樹脂であり、潤滑性に優れている。ポリアミド系樹脂としてはPA6、PA66、PA11、PA12、PA46が挙げられ、更にはこれらの少なくとも2種を含む共重合体が挙げられる。ポリアミド系樹脂は、一般的には、融点が100～200℃、120～190℃、130～180℃のものを採用できる。

#### 【0035】

軟磁性粉末材料において、ポリアミド系樹脂の形態としては、粉末状であることが好ましい。上記したポリアミド系樹脂としては、樹脂粉末の平均粒径が大きすぎると、高温強度の確保の面において不利であると共に、磁気特性(透磁率、飽和磁束密度等)と電気特性(比抵抗等)の両方をバランスよく高いレベルで両立させ得る面においても不利である。ポリアミド系樹脂は、鉄系粉末粒子よりも粒径が小さい方が好ましい。

#### 【0036】

成形時には樹脂成分は潤滑機能を有するため、成形性の向上、型抜き性の向上に貢献でき、更に常温強度の向上に寄与する。しかし樹脂は融点が鉄系粉末よりも低いため、樹脂量が多いときには、軟磁性成形体を使用するとき高温強度が低下する。このため熱処理により樹脂を減少させれば、軟磁性成形体の高温強度が確保される。本発明によれば、樹脂粉末の配合量は、成形前では、成形前の全重量に対して0.10～3.00重量であり、成形・熱処理後では、成形・熱処

理後の全体重量に対して0.01～0.50重量%である形態を採用することができる。ここで、樹脂粉末の配合量は、成形・熱処理後では、成形・熱処理後の全体重量に対して0.01～0.45重量%、0.01～0.40重量%とすることができる。

#### 【0037】

本発明によれば、成形前の軟磁性粉末材料に占める樹脂総量が増加すると、鉄系粉末粒子の割合が相対的に低下し、軟磁性成形体の磁気特性（透磁率、飽和磁束密度等）が低下すると共に、高温強度も低下する。樹脂総量が減少すると、鉄系粉末粒子の割合が相対的に高くなるため磁気特性が向上するものの、鉄系粉末粒子を接着させるバインダとしての機能が低下すると共に、ポリアミド系樹脂が相対的に減少するため、成形型に対する潤滑性が低下する。

#### 【0038】

上記した点を考慮し、成形前の軟磁性粉末材料（鉄系粉末粒子+樹脂）を100%としたとき、ポリアミド系樹脂としては、望ましくは3.00重量%以下、さらに望ましくは1重量%以下、さらに望ましくは0.8重量%、0.7重量%以下にできる。成形前の軟磁性粉末材料（鉄系粉末粒子+樹脂）を100%としたとき、例えば、樹脂総量としては0.10～3.00重量%、0.1～2.0重量%、0.1～1.0重量%とすることができる。ただしこれらに限定されるものではない。

#### 【0039】

上記した軟磁性成形体は、上記した軟磁性粉末材料を用い、軟磁性粉末材料に対して加圧及び加熱を施して形成されている。加圧及び加熱は個別に行っても良いし、同時に行っても良い。この場合、軟磁性粉末材料を金型等の成形型にて圧縮成形して圧粉体を形成する第1工程、その後、圧粉体を加熱（熱処理）してキュアリング（以下キュアとも略記する）する第2工程とを実施することにより形成できる。成形型を用いる第1工程は常温領域で行うことができる。常温領域で軟磁性粉末材料を加圧すれば、樹脂成分が成形型のキャビティ型面に付着することが抑えられ、圧粉体を成形型のキャビティ型面から良好に型抜きすることができる。



## 【0040】

第1工程での加圧力としては、鉄系粉末粒子等の種類、軟磁性成形体の形状に応じて適宜選択できるものの、 $50\text{MPa} \sim 1000\text{MPa}$  ( $1\text{kgf/cm}^2 \div 0.1\text{MPa}$  とすると、 $500\text{kgf/cm}^2 \sim 10000\text{kgf/cm}^2$ ) を採用できる。殊に  $100\text{MPa} \sim 800\text{MPa}$  ( $1000\text{kgf/cm}^2 \sim 8000\text{kgf/cm}^2$ ) を採用できる。仮に第1工程で軟磁性粉末材料が加圧されると共に加熱されると、軟磁性粉末材料に含まれている樹脂が成形金型等の成形型のキャビティ型面に接着することがあるため、成形型からの型抜き性が容易でなくなり、生産性が低下する。従って第1工程は常温または常温付近で行うことができる。第1工程での加圧時間としては、 $0.1 \sim 20$  秒、 $0.5 \sim 10$  秒、 $0.5 \sim 5$  秒を採用できる。生産性の向上のためには加圧時間は短い方が好ましい。但し加圧力及び加圧時間としては上記した値に限定されるものではない。第1工程の雰囲気としては大気雰囲気を採用できるが、場合によっては不活性ガス雰囲気としても良い。

## 【0041】

上記した第2工程では、ポリアミド系樹脂を溶かし、鉄系粉末粒子に対する接着性を高めることが好ましい。したがって第2工程は、圧粉体を加熱した状態で行うことができる。ポリアミド系樹脂 (PA) は融点が相対的に低いため、加熱時に、鉄系粉末粒子同士間の粒界において流動し易いものと推察される。このようにポリアミド系樹脂が流動して鉄系粉末粒子の表面に片状または膜状に存在すれば、ポリアミド系樹脂が粒状である場合に比較し、りん酸系被覆等のように絶縁被膜として効果的に機能し易く、軟磁性粉末材料及び軟磁性成形体の比抵抗を高めて渦電流損を抑えるのに有利であるものと推察される。但し、ポリアミド系樹脂が鉄系粉末粒子同士間の粒界において過剰流動すると、軟磁性成形体の磁気特性が低下するおそれがあり、更に鉄系粉末粒子同士の接着強度を低下させるおそれがある。このため軟磁性成形体の磁気特性を確保する意味では、また軟磁性成形体の強度を確保する意味では、ポリアミド系樹脂の過剰流動は好ましくない。

## 【0042】

また熱処理の加熱温度が高すぎると、軟磁性粉末材料に含まれている樹脂が劣化するおそれがあり、更に鉄系粉末粒子の表面の酸化膜が過剰となるおそれがある。絶縁被膜が存在するときには、絶縁被膜が劣化するおそれがある。これに対して熱処理の加熱温度が低すぎると、軟磁性粉末材料に含まれている樹脂による接着力の向上には限界がある。このような点を考慮し、加熱温度としては450℃以下、さらに望ましくは350℃以下を採用できる。従って第2工程では450℃以下、さらに望ましくは350℃以下を採用できる。第2工程での下限値温度としては、ポリアミド系樹脂の融点を越えることが好ましい。また熱と酸素による分解、蒸発及び鉄粉同士の酸化による接合を促進させる意味からも、100℃以上、更に200℃以上を採用できる。故に軟磁性粉末材料を加熱するときの加熱温度としては、250～450℃、殊に200～350℃にし、更に、その際の昇温温度としては、毎秒、0.1～2℃を例示できる。上記したような低温における焼結であれば、大気中であっても、鉄系粉末粒子の表面の酸化膜の過剰成長を抑えるのに有利となる。

#### 【0043】

第2工程の雰囲気としては、酸化性雰囲気である大気雰囲気を採用できるが、場合によっては不活性ガス雰囲気としても良い。一般的には第2工程は金型等の成形型内で行うものではなく、放置した状態（非拘束状態）で行うため、成形金型等の成形型に対する型抜き性を考慮する必要が特にならない。場合によっては、温度調整された成形金型等の成形型にて、軟磁性粉末材料の圧粉成形と同時に加熱してキュアリングを行っても良い。

#### 【0044】

本発明によれば、樹脂はポリアミド系樹脂と200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂とを主要成分とする形態を採用できる。200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂（以下、第2熱可塑性樹脂ともいう）としては、250℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂、260℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂、あるいは、270℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂を採用できる。このように第2熱可塑性樹脂としては、ポリアミド系樹脂よりも融点が高いものが好ましい。このような第2熱可塑性樹脂として、ポリフェニレンサルファイド系樹脂を採用できる。ポリフェニ

レンサルファイド（以下PPSともいう）は、融点が高く耐熱性に優れた結晶性を有する熱可塑性材料であり、高温領域下においても良好な耐熱性、電気絶縁性を有する。ポリフェニレンサルファイドは、直鎖型でも、架橋型でも良い。ポリフェニレンサルファイド系樹脂は、ポリフェニレンサルファイドに他の成分を含んでも良いという意味である。

#### 【0045】

ここで、ポリアミド系樹脂と200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂との配合量としては、成形前は全体重量に対して0.10～3.00重量%、また、成形・熱処理後は全体重量に対して0.01～0.80重量%となした形態を例示できる。この場合、0.01～0.70重量%、0.01～0.60重量%でも良い。200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂は熱処理によっても蒸散しにくいため、成形・熱処理後の樹脂量は多くなる。

#### 【0046】

・鉄系粉末粒子の接合強度を確保するためには、一般的には、樹脂成分を介在させるよりも、鉄系粉末粒子同士、あるいは、鉄系粉末粒子の絶縁被膜同士を直接接合した方が良い。但しこの場合には樹脂成分が存在しないため、成形型からの抜き性が充分ではなく、型抜きの際に成形体が損傷したり、生産性が低下したりする。第2熱可塑性樹脂がポリアミド系樹脂よりも融点が高いときには、第2熱可塑性樹脂はポリアミド系樹脂よりも溶融しにくいため、加熱時または使用時においてポリアミド系樹脂が鉄系粉末粒子の境界域において過剰流動することを第2熱可塑性樹脂が止める作用を期待でき、従って、ポリアミド系樹脂が鉄系粉末粒子の境界において過剰流動せず、故にポリアミド系樹脂が鉄系粉末粒子の絶縁被膜を過剰に覆ってしまうことを抑え得る。

#### 【0047】

成形前の軟磁性粉末材料において、ポリアミド系樹脂、第2熱可塑性樹脂の形態としては、粉末状であることが好ましい。上記したポリアミド系樹脂、第2熱可塑性樹脂としては、樹脂粉末の平均粒径が大きすぎると、高温強度の確保の面において不利であると共に、軟磁性成形体の磁気特性（透磁率、飽和磁束密度等）と電気特性（比抵抗等）の両方をバランスよく高いレベルで両立させ得る面に

においても不利である。従ってポリアミド系樹脂、第2熱可塑性樹脂は、鉄系粉末粒子よりも粒径が小さい方が好ましい。上記したポリアミド系樹脂、第2熱可塑性樹脂としては、望ましくは $200\mu\text{m}$ 以下、さらに望ましくは $100\mu\text{m}$ 以下、さらに望ましくは $50\mu\text{m}$ 以下とすることができ、場合によっては $10\mu\text{m}$ 以下としても良い。殊に、ポリアミド系樹脂、第2熱可塑性樹脂としては、望ましくは $200\mu\text{m}$ 以下、さらに望ましくは $100\mu\text{m}$ 以下、さらに望ましくは $50\mu\text{m}$ 以下のものがそれぞれの樹脂のうち80重量%を占めるものを採用できる。ポリアミド系樹脂の平均粒径を $D1$ とし、第2熱可塑性樹脂の平均粒径を $D2$ としたとき、 $D1=D2$ 、 $D1\div D2$ でも良いし、 $D1<D2$ 、 $D1>D2$ でも良い。この場合、鉄系粉末粒子の平均粒径は、樹脂粉末の平均粒径よりも大きい。

#### 【0048】

ここで、成形前の軟磁性粉末材料を100%とし、ポリアミド系樹脂と $200^{\circ}\text{C}$ 以上の融点をもつ熱可塑性樹脂との合計を樹脂総量としたとき、その樹脂総量は0.1~3.0重量%である形態を採用できる。この場合、残部が実質的に鉄系粉末となる。ここで、ポリアミド系樹脂と $200^{\circ}\text{C}$ 以上の融点をもつ熱可塑性樹脂との合計を樹脂総量とし、その樹脂総量を100%としたとき、樹脂総量のうち、ポリアミド系樹脂の占める割合が1~99重量%または20~80重量%であり、 $200^{\circ}\text{C}$ 以上の融点をもつ熱可塑性樹脂の占める割合が1~99重量%または80~20重量%である形態を採用できる。樹脂総量に占める第2熱可塑性樹脂の量が過小であると、軟磁性成形体の用途によっては、高温強度を向上させるにくくなる。第2熱可塑性樹脂は軟磁性成形体の高温強度の確保には有利であるが、ポリアミド系樹脂の割合が相対的に低下するため、潤滑性が不足し、成形体を成形型から抜き性が低下するおそれがある。

#### 【0049】

軟磁性成形体の密度としては、1立方センチメートル当たり6.6~7.4とすることができる。密度が低いと、軟磁性成形体の強度が確保されない。密度が過剰であると、成形型が破損し易くなったり、軟磁性成形体の高温強度が低下する不具合となる。

#### 【0050】

軟磁性成形体としては、モータ、電磁バルブ等に代表される電磁アクチュエータに使用される磁路形成部材に用いることができる。モータに適用される磁路形成部材としてはロータコア、ステータコア等を採用できる。モータとしては、アンチロックブレーキシステム用モータ、パワーステアリング用モータ、ワイパーモータ、ウィンドレギュレータ用モータ、サンルーフ用モータ等の各種モータが挙げられる。軟磁性成形体としては、トルクセンサ、変位センサ等の各種センサで使用される磁路形成部材が挙げられる。本発明に係る軟磁性粉末材料で成形された軟磁性成形体は、車両等のエンジンルームのように高温環境下で使用される軟磁性成形体に適するが、成形型のキャビティからの型抜き性が良好である効果も奏することから、高温環境で使用される軟磁性成形体のみに限定されるものではない。

#### 【0051】

##### 【実施例】

##### （第1実施例）

図1に製造過程を模式的に示す。出発原料として下記（1）及び（2）を用いた。

#### 【0052】

（1）金属粉末として、ヘガネス社の S o m a l o y 5 5 0 を使用した。この金属粉末は、磁性粉末としての高純度の鉄系粉末粒子（鉄粉、F e - 0 . 0 1 重量% C 以下、H<sub>2</sub> l o s s 0 . 0 8 重量%、粒径：約 2 0 ~ 2 0 0 μ m）の表面に、りん酸化成被膜処理により極薄のりん酸系被膜が積層されている。りん酸系被膜は電気絶縁性が高い絶縁被膜として機能するものであり、鉄系粉末粒子のほぼ全表面に積層されている。鉄系粉末粒子は純鉄に近いものであり、優れた軟磁性特性を確保する。りん酸被覆は電気絶縁抵抗が高く、交番磁場が作用したときにおける軟磁性成形体の渦電流損を低減させるのに有利である。

#### 【0053】

（2）ポリアミド系樹脂（P A 6 6 , 平均粒径：約 1 0 μ m）を用いた。その最大粒径は 2 0 0 μ m 以下である。この平均粒径は粒度分布における最頻度値を意味する。ポリアミド系樹脂は熱可塑性樹脂であり、潤滑性が良好であり、粉末

潤滑剤として機能できる。ポリアミド系樹脂は鉄系粉末粒子との常温領域における接着強度を確保するにも貢献できる。本実施例で用いたポリアミド系樹脂の融点は約140℃である。

#### 【0054】

そして図1に示すように、(1)の鉄系粉末と(2)の粉末状の樹脂とを所定量秤量した状態で、混合機10を回転駆動させることにより両者を60分間混合し、混合粉末20を形成した。鉄系粉末粒子とポリアミド系樹脂とが混合された状態の混合粉末20である軟磁性粉末材料を用い、第1工程を実施した。即ち、軟磁性粉末材料を成形金型である成形金型30のキャビティ内に供給し、室温にて成形金型30で加圧成形し、圧粉体である成形体40を得た。成形金型30は、筒形状のダイス型31と、ダイス型31に嵌合された下型32と、ダイス型31に嵌合された上型36とを有する。下型32は筒形状の外側下型33と内側下型34とを有する。上型36は筒形状の外側上型37と内側上型38とを有する。

#### 【0055】

本実施例によれば、成形金型30のキャビティ内の軟磁性粉末材料である混合粉末20を加圧するものの、加圧するときの温度は室温であるため、混合粉末20の樹脂成分が熔融せず、従って、樹脂成分の固体潤滑機能を確保でき、樹脂成分が成形金型30のキャビティ型面に付着する問題を解消するのに有利となる。軟磁性粉末材料である混合粉末20を加圧する加圧条件としては、加圧力を600MPa(約6000kgf/cm<sup>2</sup>)とし、加圧時間は約1秒程度とした。

#### 【0056】

その後、成形金型30のキャビティから取り出された圧粉体である成形体40を熱処理炉50により、大気中(酸素含有雰囲気,酸化性雰囲気)において加熱して成形体40に対してキュアリング(熱処理)を行ない、第2工程を実施し、軟磁性成形体42を得た。第2工程は酸化性雰囲気である大気中における低温焼結である。第2工程における加熱条件としては、加熱温度を300℃、加熱時間を60分間とした。なお第2工程においては加圧は特に施されておらず、成形体40は非拘束状態である。従って第2工程で成形体40や軟磁性成形体42が相

手型に接着することを極力避けることができる。

#### 【0057】

第2工程は、大気中においてなされる。すなわち、約20体積%の酸素を含む雰囲気において加熱処理がなされ、これにより鉄系粉末粒子同士が接合される。更に、これに加え、ポリアミド系樹脂が熱と酸素によって分解・蒸発することで、鉄系粉末粒子同士の接合面積の割合を相対的に高めることが出来、この結果、高温強度を高めることができ、高温環境下でも安定した強度を確保することが出来る。

#### 【0058】

上記したように第2工程を行うことにより、成形体40に含有されているポリアミド系樹脂が熱と酸素によって分解・蒸発する。したがって、加熱処理が施された成形体に含まれる樹脂配合量は、図2のグラフに例示されるように、予め軟磁性体粉末材料として配合された樹脂配合量（PA量）に対して減少する。殊に、大気雰囲気や酸素45%（体積%）含む雰囲気等のように酸素含有雰囲気がキュアリング雰囲気であるときには、樹脂は減少し易い。

#### 【0059】

ここで、樹脂粉末の配合量は、成形前では、成形前の全体重量に対して0.10～3.00重量%であり、成形・熱処理後では、成形・熱処理後の全体重量に対して0.01～0.50重量%となるように設定されている。

#### 【0060】

更に、キュアリング後の軟磁性成形体42に残されている樹脂成分を、成形・熱処理後の軟磁性成形体42の全体重量（鉄系粉末+樹脂）に対して0.3重量%、0.4重量%、0.6重量%に設定した試験片を作製した。この場合、キュアリング前の軟磁性粉末材料の全体重量に対する樹脂配合量としては、キュアリング後で0.3重量%のときには約0.15重量%であり、キュアリング後で0.4重量%のときには約0.25重量%であり、キュアリング後で0.6重量%のときには約0.45重量%であった。なお、キュアリング後の軟磁性成形体42に残されている樹脂成分は、燃焼分析（CS分析：JIS規格 G1211）により測定した。

## 【0061】

更に、キュアリング後の軟磁性成形体42に残されている樹脂成分が軟磁性成形体42の全体重量に対して0重量%のものを、比較例として作製した。そして各試験片について、引張強度試験を行い、常温強度及び高温強度（引張強度）を測定した。引張強度試験では、JIS規格Z-2241の「金属材料試験方法」に基づいて行った。図3に示す表は、キュアリング温度とキュアリング後の軟磁性成形体における樹脂配合量（PA）と常温における引張強度（kgf/mm<sup>2</sup>）との関係を示す。また図4に示す表は、キュアリング温度とキュアリング後の軟磁性成形体における樹脂配合量（PA）と高温（200℃）における引張強度（kgf/mm<sup>2</sup>）との関係を示す。図3から明らかなように、樹脂配合量（PA）が増加すると、キュアリング後の軟磁性成形体の常温強度が高くなる傾向があることがわかる。但し、樹脂配合量が過剰になると強度は低下する。図4から明らかなように、高温強度は樹脂配合量（PA）が減少する程高くなる傾向があることがわかる。樹脂の溶融が起因しているものと推察される。

## 【0062】

また、潤滑機能及びバインダ機能を兼備する樹脂の配合量（PA）が成形後0.3重量%である場合の試験片について、キュアリング雰囲気別（窒素雰囲気・大気雰囲気・酸素45体積%雰囲気）に常温強度及び高温強度（200℃）を測定した。測定結果を図5の表に示す。図5の表に示すように、酸素が含有されている雰囲気（大気雰囲気・酸素45体積%雰囲気）でキュアしたほうが、キュア後の軟磁性成形体の高温強度が優れていることがわかる。

## 【0063】

## （第2実施例）

第2実施例は第1実施例と基本的に同様である。以下、第1実施例と異なる部位を中心として説明する。即ち、第1実施例によれば、金属粉末として、高純度の鉄系粉末粒子（鉄粉、Fe-0.01重量%C以下、粒径：約20～200μm）の表面にりん酸系被膜が積層されているものを用いている。しかし第2実施例によれば、金属粉末として、りん酸系被膜が積層されていない高純度の鉄系粉末粒子（鉄粉、Fe-0.01重量%C以下、粒径：約20～200μm）を用



いている。

#### 【0064】

本実施例においても、第1実施例と同様に、成形金型30のキャビティから取り出された圧粉体である成形体40を熱処理炉50により、大気中（酸素含有雰囲気）において加熱（300℃, 1時間）して成形体40に対してキュアリングを行ない、第2工程を実施し、軟磁性成形体42を得た。第2工程は大気中における低温焼結である。このように鉄系粉末粒子を大気中において焼結するものの、低温であるため、鉄系粉末粒子の表面における酸化膜の過剰成長が抑制されると共に、酸化膜における酸素の粒内への拡散も期待することができ、焼結性が確保されるものと推察される。

#### 【0065】

本実施例においても、樹脂粉末（ポリアミド系樹脂, PA66, 平均粒径：約10 $\mu$ m）は潤滑機能及びバインダ機能を兼備する。この樹脂粉末はPPSを含んでいない。また、第1実施例の場合と同様に、樹脂粉末の配合量は、成形前では、成形前の全体重量に対して0.10～3.00重量%とされており、成形・熱処理後では、成形後の全体重量に対して0.01～0.50重量%とされている。本実施例においても、キュアリング後の軟磁性成形体の高温強度は樹脂粉末の配合量が減少する程高くなる。

#### 【0066】

##### （第3実施例）

第3実施例は第1実施例と基本的に同様である。以下異なる部位を中心として説明する。本実施例においても、金属粉末として、りん酸系被膜が積層されていない高純度の鉄系粉末粒子（鉄粉、Fe-0.01重量% C以下、粒径：約20～200 $\mu$ m）を用いている。更に樹脂粉末として、ポリアミド系樹脂（PA66, 平均粒径：約10 $\mu$ m）とPPS樹脂（平均粒径：18 $\mu$ m, 融点約280℃）とを用いている。PPS樹脂の平均粒径はポリアミド系樹脂の平均粒径よりも大きい。なお平均粒径は粒度分布における最頻度値を意味する。

#### 【0067】

ポリアミド系樹脂は熱可塑性樹脂であり、潤滑性が良好であり、粉末充填性や

型抜き性を高める粉末潤滑剤として機能できる。ポリアミド系樹脂は鉄系粉末粒子との常温領域における接着強度を確保するにも貢献できる。本実施例で用いたポリアミド系樹脂の融点は約 140℃である。PPS樹脂は、第2熱可塑性樹脂として機能するものであり、鉄系粉末粒子との接着強度、殊に高温環境下での接着強度を高めるのに貢献できる。

#### 【0068】

そして第1実施例の場合と同様に、鉄系粉末とポリアミド系樹脂の粉末とPPS樹脂の粉末とを所定量秤量した状態で、第1実施例と同様に、混合機10を回転駆動させることにより三者を60分間混合し、混合粉末20を形成した。そして第1実施例と同様に圧粉体である成形体40を得た。その後、成形金型30のキャビティから取り出された圧粉体である成形体40を熱処理炉50により、大気中（酸素含有雰囲気）において加熱して成形体40に対してキュアリングを行ない、第2工程（大気中における低温焼結）を実施し、軟磁性成形体42を得た。第2工程では、加熱によりポリアミド系樹脂とPPS樹脂とが熔融し、鉄系粉末粒子を結合させるバインダとして機能を高めることになる。第2工程における加熱条件としては、加熱温度を300℃（PPS樹脂の融点以上）、加熱時間を60分間とした。なお第2工程においては加圧は特に施されておらず、成形体40は非拘束状態である。従って第2工程で成形体40や軟磁性成形体42が相手型に接着することを避けることができる。

#### 【0069】

図6はキュアリング後の軟磁性成形体42の内部をEPMAで観察した状態を模写したものである。この試験片については、成形前では、重量比でポリアミド系樹脂が約0.3重量%であり、PPS樹脂が約0.3重量%であった。成形後では、重量比でポリアミド系樹脂が約0.14重量%であり、PPS樹脂が約0.29重量%であった。

#### 【0070】

図6に示すように、鉄系粉末粒子400の境界域にポリアミド系樹脂の片状の相420（ハッチング線で示す領域）、PPS樹脂の片状の相430（黒色塗り潰し領域）が存在している。図6によれば、ポリアミド系樹脂の片状の相420

、PPS樹脂の片状の相430とはあまり相溶せず、互いに独立して存在していることがうかがえる。図6によれば、鉄系粉末粒子400の凹み部分にポリアミド系樹脂の片状の相420、PPS樹脂の片状の相430が存在していることがうかがえる。更に図6によれば、ポリアミド系樹脂の相420の過剰流動がPPS樹脂の相430で堰止められている形態がうかがえる。ポリアミド系樹脂の相420の過剰流動を止めるには、PPS樹脂の粒径がポリアミド系樹脂の粒径よりも大きいことが効果的であると推察される。

#### 【0071】

本発明者らが行った試験によれば、同一条件で製造しつつも樹脂を全く添加しなかった試験片では、成形金型30からの型抜き性が悪いもののキュアリング後の強度が高いことから、鉄系粉末粒子同士の接着強度は高いことが判明している。上記したようにポリアミド系樹脂の相420の過剰流動がPPS樹脂の相430で抑えられていれば、鉄系粉末粒子400同士の接着が期待され、軟磁性成形体42の強度を確保するのに貢献できるものと推察される。

#### 【0072】

上記実施例の中で、まず、問題となるのが、成形金型30のキャビティから成形体40を取り出す際の取り出しやすさ（抜き圧力の大小）である。この場合、成形体40の抜き圧力を小さくする必要がある。一般的には成形金型30のキャビティ型面に潤滑剤を塗布したり、軟磁性粉末材料と潤滑剤とを混ぜ合わせて対応することになる。しかしこの手段ではコスト、生産性に問題がある。またキュアリング後の軟磁性成形体42としての性能、強度が低下してしまう不具合がある。これに対して、本実施例のようにバインダ機能の他に潤滑剤機能を有するポリアミド系樹脂を軟磁性粉末材料に所定量入れ込むことにより、バインダとしての機能はもちろん、成形体40を成形金型30のキャビティから抜くときの抜き圧力を低減させるのに大きな効果を得ることができる。

#### 【0073】

しかしながら、ポリアミド系樹脂のみを混ぜた場合には、エンジンルームなどで使用されるモータ等のように高温環境下（例えば180～260℃）で使用されるとき、軟磁性成形体42の強度が著しく低下してしまう不具合がある。これ

は使用環境温度がポリアミド系樹脂の融点を越えているためであると推察される。この問題を解決するために必要なものがPPS樹脂である。PPS樹脂の融点は、約270～290℃と言われており、上記した高温環境温度より高い。したがってPPS樹脂は上記した高温環境温度においても溶融しないため、高温環境で軟磁性成形体42を使用するとき、PPS樹脂のもつ接着力が接着強度として発揮される。また高温環境温度において溶融状態にあるポリアミド系樹脂が鉄系粉末粒子400の表面に過剰に流動するのを防止するための流動バリア的な機能を持っており、高温環境下での強度向上に一層貢献している。

#### 【0074】

本実施例においても、樹脂粉末（ポリアミド系樹脂、PPS樹脂）は潤滑機能及びバインダ機能を兼備し、第1実施例の場合と同様に、樹脂粉末の配合量（ポリアミド系樹脂、PPS樹脂）は、全体重量に対して成形前では0.10～3.00重量%とされており、成形・熱処理後では全体重量に対して0.01～0.50重量%とされている。

#### 【0075】

##### （試験例）

鉄粉粒子の表面に被覆されている絶縁被膜（りん酸系）の有無が軟磁性成形体の高温引張強度（200℃）に与える影響について試験した。図7は試験結果を示す。図7において、『膜無』の試験片は、絶縁被膜がない場合の鉄粉粒子を用いた試験片である。『膜厚標準』の試験片は、標準的な厚みをもつ絶縁被膜が被覆された鉄粉粒子を用いた試験片である。『標準膜厚下限』の試験片は、標準的な厚みの下限値に厚みを設定した絶縁被膜が被覆された鉄粉粒子を用いた試験片である。『標準膜厚上限』の試験片は、標準的な厚みの上限値に厚みを設定した絶縁被膜が被覆された鉄粉粒子を用いた試験片である。『膜厚2.5倍』の試験片は、標準的な厚みの2.5倍に厚みを設定した絶縁被膜が被覆された鉄粉粒子を用いた試験片である。図7に示すように、絶縁被膜が存在しなくても軟磁性成形体の高温引張強度を高めることができる。

#### 【0076】

また試験片である軟磁性成形体の密度と実効透磁率との関係を測定し、その測

定結果を図8に示す。実効透磁率の測定は、トロイダルコイルに400Hzの交番電流を通電し、交番磁場(1.3T)を発生させた状態で行った。図8に示すように、『膜厚2.5倍』の試験片では、実効透磁率が高く良好であった。また絶縁被膜が存在していない『膜無』の試験片においても、実効透磁率が高く良好であった。

#### 【0077】

また試験片である軟磁性成形体の密度と鉄損との関係を測定し、その測定結果を図9に示す。この場合、トロイダルコイルに400Hzの交番電流を通電し、交番磁場(1.3T)を発生させた状態で測定した。一般的には鉄損は少ない方が好ましい。図9に示すように、『膜厚標準』の試験片、『膜厚2.5倍』の試験片では鉄損が抑えられており、良好である。一方、『膜無』の試験片においては、鉄損は『膜厚標準』の試験片、『膜厚2.5倍』の試験片に比較してやや高いものの、実用的には遜色がない範囲である。従って『膜無』の試験片では、軟磁性成形体の高温引張強度が良好であり、耐破損性が良好であること、絶縁被膜がないためコストを低廉させ得ること等を総合的考慮すると、評価は良好である。

#### 【0078】

なお、図7～図9に示すデータを得た試験片は、成形前に、ポリアミド系樹脂を0.3重量%含むと共にPPS樹脂を0.3重量%含む軟磁性成形体であり、前記した第3実施例に基づいて形成した。熱処理後にはポリアミド系樹脂は減少して0.15重量%、PPS樹脂は約0.3重量%であり、熱処理後の樹脂割合は0.45重量%となる。

#### 【0079】

また、成形後に、ポリアミド系樹脂を0.4重量%含むと共にPPS樹脂を0.4重量%含む軟磁性成形体のときには、熱処理後にはポリアミド系樹脂は減少して0.25重量%、PPS樹脂は約0.4重量%であり、熱処理後の樹脂割合は0.65重量%となる。

#### 【0080】

また成形後に、ポリアミド系樹脂を0.5重量%含むと共にPPS樹脂を0.

4 重量%含む軟磁性成形体のときには、熱処理後にはポリアミド系樹脂は減少して0.35重量%、PPS樹脂は約0.4重量%であり、熱処理後の樹脂割合は0.75重量%となる。

【0081】

(その他)

その他、本発明方法及び本発明装置は上記した実施例のみに限定されるものではなく、要旨を逸脱しない範囲内で適宜変更して実施できるものである。上記した記載から次の技術的思想も把握できる。

(付記項1) 車両のエンジンルーム内などの高温環境で用いられる各請求項に係る軟磁性成形体。エンジンルーム内などの高温環境で使用するのに適する。

(付記項2) 鉄系粉末粒子とポリアミド系樹脂とを主要成分とする軟磁性粉末材料を形成する混合工程と、軟磁性粉末材料に対して成型型で加圧して圧粉体を形成する加圧工程(第1工程)と、圧粉体を大気雰囲気等の酸化性雰囲気中で100～450℃で加熱する低温焼結工程(第2工程)とを順に実施することを特徴とする軟磁性成形体の製造方法。

(付記項3) 鉄系粉末粒子とポリアミド系樹脂と200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂とを主要成分とする軟磁性粉末材料を形成する混合工程と、軟磁性粉末材料に対して成型型で加圧して圧粉体を形成する加圧工程(第1工程)と、圧粉体を大気雰囲気等の酸化性雰囲気中で100～450℃で加熱する低温焼結工程(第2工程)とを順に実施することを特徴とする軟磁性成形体の製造方法。

(付記項4) 鉄系粉末粒子の平均粒径は、ポリアミド系樹脂の平均粒径よりも大きいことを特徴とする軟磁性成形体。

(付記項5) 鉄系粉末粒子と、ポリアミド系樹脂と、200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂とを主要成分として混合されており、200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂の平均粒径は、ポリアミド系樹脂の平均粒径よりも大きく、鉄系粉末粒子の平均粒径は、200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂の平均粒径よりも大きいことを特徴とする軟磁性成形体。

(付記項6) 鉄系粉末からなる磁性粉末と樹脂粉末が混入された混合粉末とを粉末冶金法により成型型で圧縮成形した後、当該成形体に熱処理を行うための軟磁

性成形材料において、前記樹脂粉末はポリアミド系樹脂と200℃以上の融点をもつ熱可塑性樹脂とを主要成分とし、前記樹脂粉末の配合量は、成形前及び成形・熱処理後は、夫々、全体重量に対して0.10～3.00重量%及び0.01～0.80重量%となるように設定された軟磁性粉末材料。

#### 【0082】

##### 【発明の効果】

以上述べたように、本発明によれば、成形型の成形型キャビティからの型抜性が良好であり、高温環境下での強度向上、磁気特性（透磁率、飽和磁束密度等）と電気特性（比抵抗等）との両方をバランスよく高いレベルで両立させ得るといった効果を奏する軟磁性成形体を提供することが出来る。

##### 【図面の簡単な説明】

【図1】軟磁性成形体の製造過程を模式的に示す工程図である。

【図2】キュアリング雰囲気（300℃）とポリアミド量の変化との関係を示すグラフである。

【図3】キュアリング温度とポリアミド量と試験片の常温強度との関係を示す表である。

【図4】キュアリング温度とポリアミド量と試験片の高温強度との関係を示す表である。

【図5】キュアリング雰囲気と試験片の常温強度及び高温強度との関係を示す表である。

【図6】ポリアミド系樹脂及びPPS樹脂を含む軟磁性成形体の内部構造をEPMAで観察した状態を模写した構造図である。

【図7】絶縁被膜の有無と試験片の高温引張強度との関係を示すグラフである。

【図8】試験片の密度と実効透磁率との関係を示すグラフである。

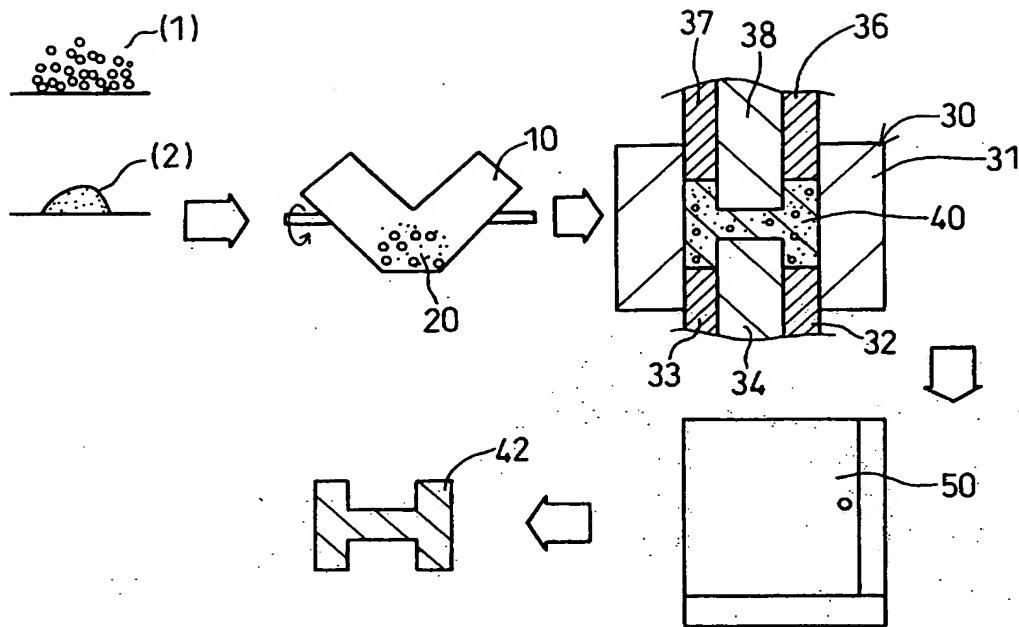
【図9】試験片の密度と鉄損との関係を示すグラフである。

##### 【符号の説明】

図中、20は混合粉末、30は成形金型、40は成形体、42は軟磁性成形体を示す。

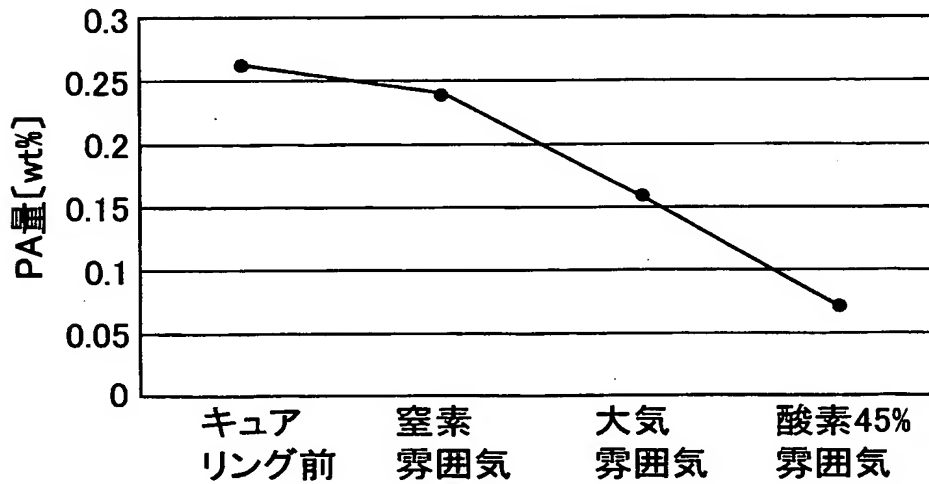
【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】

キュアリング雰囲気によるPA量の変化(キュア温度300°C)





【図 3】

常温強度 , kgf/mm <sup>2</sup>				
キュア温度 (摂氏)	ポリアミドの配合量(対:全体重量) (熱処理前)			
	0重量%	0.3重量%	0.4重量%	0.6重量%
225	2.05	3.48	4.13	2.61
255	2.21	3.82	4.05	3.53
255	2.21	3.82	4.05	3.53
300	2.71	2.61	3.29	2.09

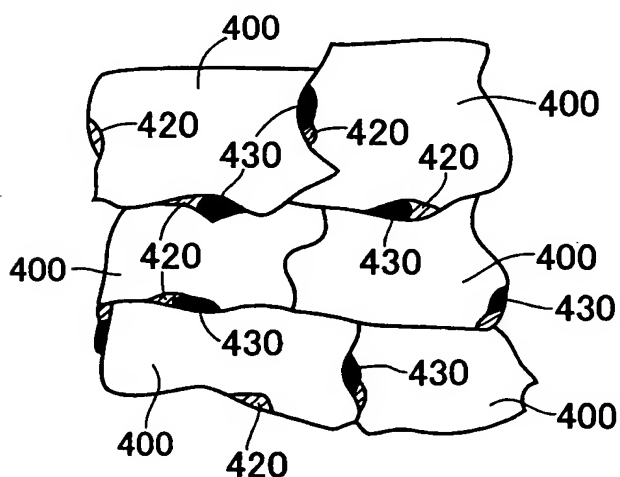
【図 4】

高温強度 , kgf/mm <sup>2</sup>				
キュア温度 (摂氏)	ポリアミドの配合量(対:全体重量) (熱処理前)			
	0重量%	0.3重量%	0.4重量%	0.6重量%
225	1.82	1.65	1.25	0.34
255	2.15	1.56	1.18	0.38
300	2.61	1.41	0.65	0.27

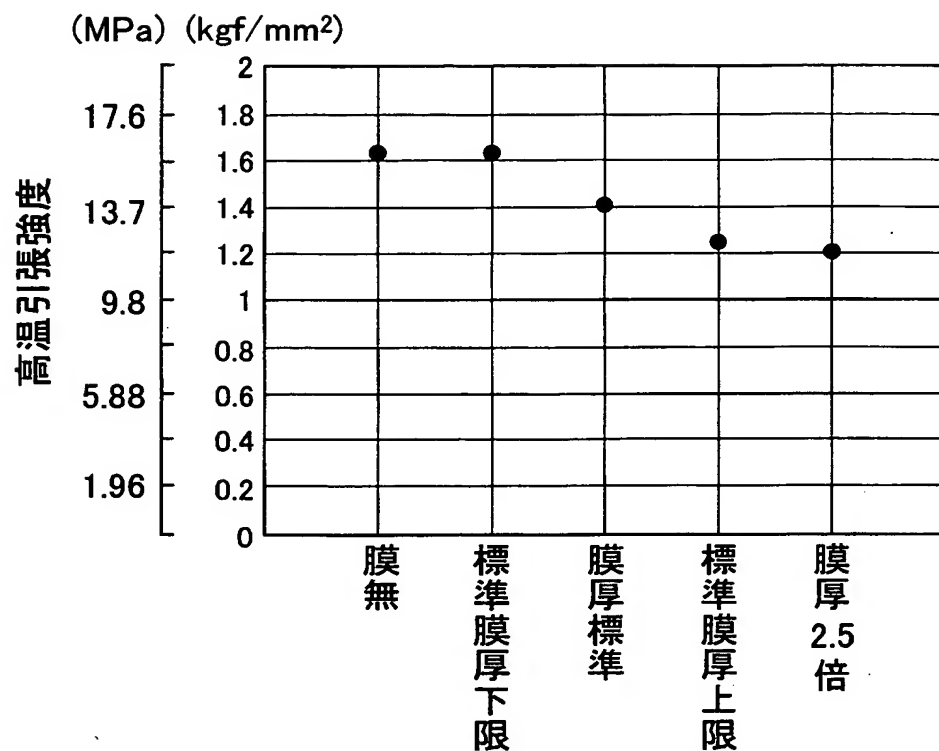
【図 5】

引張強度 kgf/mm <sup>2</sup>		
	常温強度	高温強度
窒素雰囲気	3.15	0.16
大気雰囲気	2.61	1.41
酸素45%雰囲気	1.72	1.32

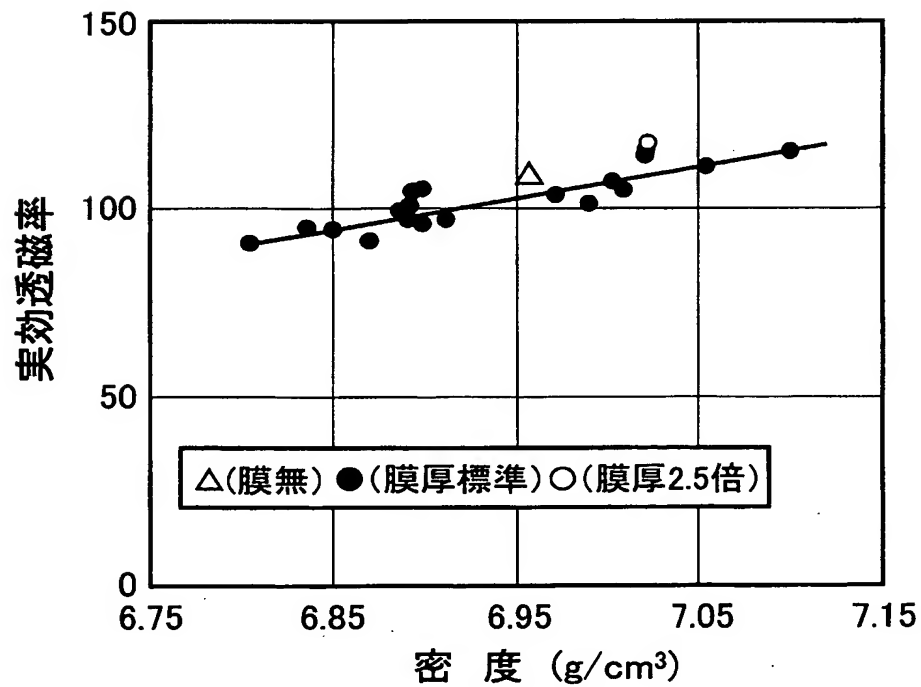
【図 6】



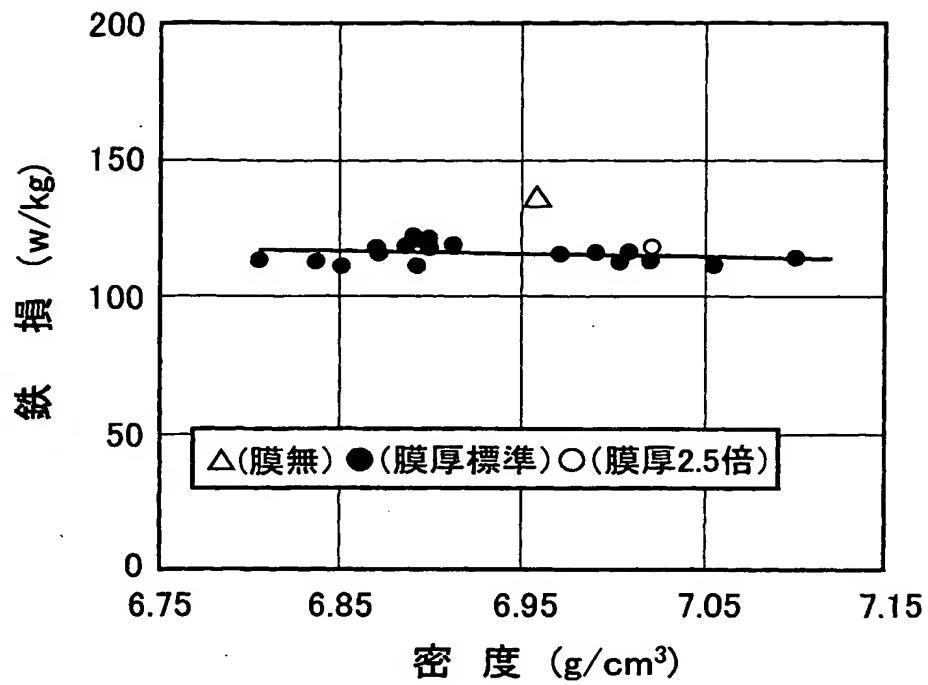
【図 7】



【図 8】



【図9】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高温環境下での強度向上、成形型からの抜き性の向上、磁気特性と電気特性との両方をバランスよく高いレベルで両立させ得るといった効果を奏する軟磁性成形体、軟磁性成形体の製造方法、軟磁性粉末材料を提供する。

【解決手段】 鉄系粉末表面に絶縁被膜コーティングを施した磁性粉末と樹脂粉末が混入された混合粉末とを粉末冶金法により成形型で圧縮成形した後、当該成形体に熱処理を行う軟磁性成形体の製造方法において、樹脂粉末は潤滑機能及びバインダ機能を兼備し、樹脂粉末の配合量は、成形前及び成形・熱処理後は、夫々、全体重量に対して 0.10～3.00 重量%及び 0.01～0.50 重量%となしたものである。鉄系粉末表面に絶縁被膜コーティングを施さない場合でも良い。

【選択図】 図 2

特願 2 0 0 3 - 0 4 3 0 4 7

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 0 0 1 1 ]

1 . 変 更 年 月 日

1 9 9 0 年    8 月    8 日

[ 変 更 理 由 ]

新 規 登 録

住    所

愛 知 県 刈 谷 市 朝 日 町 2 丁 目 1 番 地

氏    名

ア イ シ ン 精 機 株 式 会 社